

Rec'd PCT/PTO 21 APR 2005

PCT/JP03/13448 #2

10/53225

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

21.10.03

RECEIVED

04 DEC 2003

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年10月21日
Date of Application:

出願番号 特願2002-306152
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2002-306152]

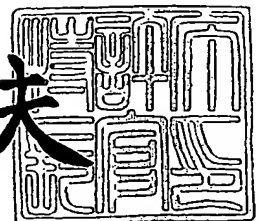
出願人 高島 正之
Applicant(s): 清川メッキ工業株式会社
株式会社田中化学研究所
日華化学株式会社
日本板硝子株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月20日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3095954

【書類名】 特許願

【整理番号】 T102113500

【提出日】 平成14年10月21日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08L101/00

【発明の名称】 金属樹脂複合体とその製造方法

【請求項の数】 10

【発明者】

 【住所又は居所】 福井県福井市経田 1 丁目 1 0 5 番 3 号

 【氏名】 高島 正之

【発明者】

 【住所又は居所】 福井県福井市灯明寺町 5 2 - 2 0 - 3

 【氏名】 米沢 晋

【発明者】

 【住所又は居所】 福井県福井市和田中 1 丁目 1 5 1 8

 【氏名】 松村 勇一

【特許出願人】

 【住所又は居所】 福井県福井市経田 1 丁目 1 0 5 番 3 号

 【氏名又は名称】 高島 正之

【特許出願人】

 【識別番号】 390036364

 【住所又は居所】 福井県福井市和田中 1 丁目 4 1 4 番地

 【氏名又は名称】 清川メッキ工業株式会社

【特許出願人】

 【識別番号】 592197418

 【住所又は居所】 福井県福井市白方町 4 5 字砂浜割 5 番 1 0

 【氏名又は名称】 株式会社田中化学研究所

【特許出願人】

【識別番号】 000226161
【住所又は居所】 福井県福井市文京4丁目23番1号
【氏名又は名称】 日華化学株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 000004008
【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号
【氏名又は名称】 日本板硝子株式会社

【代理人】

【識別番号】 100107308
【住所又は居所】 大阪府大阪市北区豊崎5丁目8番1号
【弁理士】
【氏名又は名称】 北村 修一郎
【電話番号】 06-6374-1221

【選任した代理人】

【識別番号】 100114959
【住所又は居所】 大阪府大阪市北区豊崎5丁目8番1号
【弁理士】
【氏名又は名称】 山▲崎▼ 徹也
【電話番号】 06-6374-1221

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 049700
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 0013531
【包括委任状番号】 0003452

【プルーフの要否】

要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属樹脂複合体とその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱可塑性樹脂からなる多数の粉粒体どうしが一体接合されており、その接合された粉粒体群に金属を三次元方向にマトリクス状に担持してある金属樹脂複合体。

【請求項 2】 前記熱可塑性樹脂が、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）、ポリエチレン（PE）、ポリプロピレン（PP）、ABS樹脂、ポリアミド（PA）、ポリスルホン（PSU）、AS樹脂、ポリスチレン（PS）、塩化ビニリデン樹脂（PVDC）、フッ化ビニリデン樹脂、PFA樹脂、ポリフェニレンエーテル（PFE）、メチルペンテン樹脂、および、メタクリル酸樹脂の群の中から選ばれた少なくともひとつである請求項 1 記載の金属樹脂複合体。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 記載の金属樹脂複合体の製造方法であって、
前記粉粒体の表面に金属を担持させ、
前記金属を担持させた多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合する金属樹脂複合体の製造方法。

【請求項 4】 前記粉粒体の表面に無電解金属メッキを施すことにより金属皮膜を形成して、前記粉粒体の表面に金属を担持させる請求項 3 記載の金属樹脂複合体の製造方法。

【請求項 5】 前記粉粒体の表面に、金属化合物を溶解すると共に金属以外の微粒子を分散させた溶液中で無電解メッキを施すことにより、前記金属以外の微粒子を包含した金属皮膜を形成して、前記粉粒体の表面に金属を担持させる請求項 3 記載の金属樹脂複合体の製造方法。

【請求項 6】 請求項 1 又は 2 記載の金属樹脂複合体の製造方法であって、
前記粉粒体の表面に無電解金属メッキを施すことにより金属皮膜を形成して、
前記粉粒体の表面に金属を担持させ、
その金属皮膜の表面に、金属化合物を溶解すると共に金属以外の微粒子を分散させた電解液中で電解メッキを施すことにより、前記金属以外の微粒子を包含した金属の電解メッキ皮膜を形成し、

前記金属皮膜と前記電解メッキ皮膜とを形成した多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合する金属樹脂複合体の製造方法。

【請求項 7】 前記粉粒体の粒径が、 $0.1\mu\text{m}\sim 1000\mu\text{m}$ である請求項 3～6 のいずれか 1 項記載の金属樹脂複合体の製造方法。

【請求項 8】 前記金属皮膜が、Ni 皮膜、Ni 系合金皮膜、Ni 系複合皮膜、Cu 皮膜、Cu 系合金皮膜、Cu 系複合皮膜、Au 皮膜、Pt 皮膜、Pt 系合金被膜、Pd 皮膜、Rh 皮膜、および、Ru 皮膜の群の中から選ばれたひとつの皮膜である請求項 4～6 のいずれか 1 項記載の金属樹脂複合体の製造方法。

【請求項 9】 前記金属皮膜が、Ni-P、Ni-B、Ni-Cu-P、Ni-Co-P、Ni-Cu-B の群の中から選ばれたひとつの皮膜である請求項 4～6 のいずれか 1 項記載の金属樹脂複合体の製造方法。

【請求項 10】 前記金属以外の微粒子が、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE)、ポリエチレン (PE)、ポリプロピレン (PP)、ABS 樹脂、ポリアミド (PA)、ポリスルホン (PSU)、AS 樹脂、ポリスチレン (PS)、塩化ビニリデン樹脂 (PVDC)、フッ化ビニリデン樹脂、PFA 樹脂、ポリフェニレンエーテル (PFE)、メチルペンテン樹脂、メタクリル酸樹脂、炭素 (C)、触媒担持微粒子、及び、熱硬化性樹脂の群の中から選ばれた少なくともひとつである請求項 5～9 のいずれか 1 項記載の金属樹脂複合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、金属樹脂複合体とその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

金属樹脂複合体の一例として、例えば抗菌性樹脂があり、この抗菌性樹脂では、無機酸化物に金属を担持している担持体粒子を樹脂中に分散させてある。

(例えば、特許文献 1 参照)。

【0003】

【特許文献 1】

特開平 10-7916 号公報

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

前記従来の金属樹脂複合体は、無機酸化物に金属を担持している担持体粒子を樹脂中に分散させてあるために、担持体粒子と樹脂との比重の違いなどに起因して、金属が担持体粒子と共に樹脂中に偏在し易く、均一な物性を確保しにくい欠点がある。

本発明は上記実情に鑑みてなされたものであって、物性を均一に確保し易い金属樹脂複合体とその製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するための本発明による金属樹脂複合体は、請求項 1 に記載のように、熱可塑性樹脂からなる多数の粉粒体どうしが一体接合されており、その接合された粉粒体群に金属を三次元方向にマトリクス状に担持してある点にあり、請求項 2 に記載のように、前記熱可塑性樹脂としては、ポリテトラフルオロエチレン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ABS 樹脂、ポリアミド、ポリスルホン、AS 樹脂、ポリスチレン、塩化ビニリデン樹脂、フッ化ビニリデン樹脂、PFA 樹脂、ポリフェニレンエーテル、メチルペンテン樹脂、および、メタクリル酸樹脂の群の中から選ばれた少なくともひとつであるのが望ましい。

【0006】

つまり、一体接合された粉粒体群に金属を三次元方向にマトリクス状に担持してあるので、金属樹脂複合体の全体に金属も樹脂も偏り無く分散しており、金属樹脂複合体の物性を均一に確保し易い。

【0007】

請求項 3 に記載の本発明による金属樹脂複合体の製造方法は、請求項 1 又は 2 に記載の金属樹脂複合体の製造方法であって、前記粉粒体の表面に金属を担持させ、前記金属を担持させた多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合する点にある。

【0008】

つまり、粉粒体毎に、表面に金属を予め担持させておいて、その金属を担持さ

せた多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合するので、担持体粒子と樹脂との比重の違いなどにかかわらず、金属を樹脂中に均一に分散させ易くて、物性が均一な金属樹脂複合体を容易に製造でき、薄くて柔軟性がある導電性成形体でも、容易に製造できる。

また、粉粒体の表面に金属を担持させるにあたって、請求項4に記載のように、粉粒体の表面に無電解金属メッキを施すことにより金属皮膜を形成する場合は、従来の無電解金属メッキ用の設備を使用して低コストで製造でき、請求項5に記載のように、粉粒体の表面に、金属化合物を溶解すると共に金属以外の微粒子を分散させた溶液中で無電解メッキを施すことにより、金属以外の微粒子を包含した金属皮膜を形成する場合は、従来の無電解金属メッキ用の設備を使用して低コストで製造できるとともに、金属以外の微粒子を包含した金属皮膜を形成した多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合するので、金属以外の微粒子の特性や物性を備えさせることも可能になる。

【0009】

請求項6に記載の本発明による金属樹脂複合体の製造方法は、請求項1又は2記載の金属樹脂複合体の製造方法であって、前記粉粒体の表面に無電解金属メッキを施すことにより金属皮膜を形成して、前記粉粒体の表面に金属を担持させ、その金属皮膜の表面に、金属化合物を溶解すると共に金属以外の微粒子を分散させた電解液中で電解メッキを施すことにより、前記金属以外の微粒子を包含した金属の電解メッキ皮膜を形成し、前記金属皮膜と前記電解メッキ皮膜とを形成した多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合する点にある。

【0010】

つまり、粉粒体毎に、表面に金属を予め担持させておいて、その金属を担持させた多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合するので、担持体粒子と樹脂との比重の違いなどにかかわらず、金属を樹脂中に均一に分散させ易くて、物性が均一な金属樹脂複合体を容易に製造でき、薄くて柔軟性がある導電性成形体でも、容易に製造できる。

また、粉粒体の表面に金属を担持させるにあたって、粉粒体の表面に無電解金属メッキを施すことにより金属皮膜を形成するので、従来の無電解金属メッキ用

の設備を使用して、低コストで製造できる。

その上、金属皮膜の表面に、金属化合物を溶解すると共に金属以外の微粒子を分散させた電解液中で電解メッキを施すことにより、金属以外の微粒子を包含した金属の電解メッキ皮膜を形成し、金属皮膜と電解メッキ皮膜とを形成した多数の粉粒体どうしを圧接して一体接合するので、金属以外の微粒子の特性や物性を備えさせることも可能になり、例えば、フッ素系化合物の微粒子を包含した金属の電解メッキ皮膜を形成することにより、金属樹脂複合体表面に、フッ素系化合物の微粒子を介して、固体高分子型電解質膜としての水素イオン導電性を備えたフッ素樹脂系イオン交換膜に接合させ易く、フッ素樹脂系イオン交換膜の両側に燃料電池用電極としての金属樹脂複合体を一体接合して、フッ素樹脂系イオン交換膜の自立性を補助してある固体高分子型燃料電池（PEFC）用の電解質複合体の製造に好適の金属樹脂複合体を容易に製造できる。

【0011】

また、請求項7に記載のように、前記粉粒体の粒径が、 $0.1\mu\text{m}\sim 1000\mu\text{m}$ である場合は、各種寸法形状の金属樹脂複合体を精度良く製造することができ、金属皮膜としては、請求項8に記載のように、Ni皮膜、Ni系合金皮膜、Ni系複合皮膜、Cu皮膜、Cu系合金皮膜、Cu系複合皮膜、Au皮膜、Pt皮膜、Pt系合金被膜、Pd皮膜、Rh皮膜、および、Ru皮膜の群の中から選ばれたひとつの皮膜や、請求項9に記載のように、金属以外の微粒子が、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）、ポリエチレン（PE）、ポリプロピレン（PP）、ABS樹脂、ポリアミド（PA）、ポリスルホン（PSU）、AS樹脂、ポリスチレン（PS）、塩化ビニリデン樹脂（PVDC）、フッ化ビニリデン樹脂、PFA樹脂、ポリフェニレンエーテル（PFE）、メチルペンテン樹脂、メタクリル酸樹脂、炭素（C）、触媒担持微粒子、及び、熱硬化性樹脂の群の中から選ばれた少なくともひとつであるのが望ましい。

【0012】

【発明の実施の形態】

以下に本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。

〔第1実施形態〕

図1は、本発明による金属樹脂複合体Aの断面の金属顕微鏡写真を示し、熱可塑性樹脂からなる多数の粉粒体1どうしが、図2に模式的に示すように、粉粒体1間に通気路2が形成されようとして一体接合されており、その接合された粉粒体群3に金属4を三次元方向にマトリクス状に担持して導電性を備えさせてある。

【0013】

前記金属樹脂複合体Aの製造方法を説明する。

図2は、粒径が $0.1\mu\text{m}\sim 1000\mu\text{m}$ の粉粒体1の表面に多孔質の金属皮膜5を形成した場合を模式的に示し、粉粒体1の表面に無電解金属メッキを施すことにより多孔質の金属皮膜5を形成して、粉粒体1の表面に金属を担持させる(図2(イ)、(ロ))。

【0014】

そして、金属皮膜5を表面に形成した多数の粉粒体1どうしを、平板プレス、冷間等方圧加圧(CIP)、熱間等方圧加圧(HIP)、ロールプレス、常温プレス、ホットプレス等の成形方法で圧力や温度を制御しながら圧接して、樹脂どうしを結着させることにより一体接合し(図2(ハ))、導電性も強度も優れた金属樹脂複合体Aを製造する。

【0015】

前記粉粒体1を構成している熱可塑性樹脂は、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)、ABS樹脂、ポリアミド(PA)、ポリスルホン(PSU)、AS樹脂、ポリスチレン(PS)、塩化ビニリデン樹脂(PVDC)、フッ化ビニリデン樹脂、PFA樹脂、ポリフェニレンエーテル(PFE)、メチルペンテン樹脂、および、メタクリル酸樹脂の群の中から選ばれた少なくともひとつであり、所望の形状に容易に成形できるので、 $10\mu\text{m}\sim 10\text{mm}$ の任意の厚さに成形することが可能である。

【0016】

前記金属皮膜5は、Ni皮膜、Ni系合金皮膜、Ni系複合皮膜、Cu皮膜、Cu系合金皮膜、Cu系複合皮膜、Au皮膜、Pt皮膜、Pt系合金被膜、Pd皮膜、Rh皮膜、および、Ru皮膜の群の中から選ばれたひとつの皮膜であっても、又は、Ni-P、Ni-B、Ni-Cu-P、Ni-Co-P、Ni-Cu

ーBの群の中から選ばれたひとつの皮膜であっても良い。

【0017】

図3は、多孔性ニッケル皮膜5を表面に形成してある粉粒体1の顕微鏡写真であり、このように金属皮膜5をニッケル(Ni)で形成してあれば、銅などに比べて耐食性が高く、水素の電気化学反応に対して触媒としても働きうるので、固体高分子型燃料電池用の電極材料として好適に使用できる。

【0018】

〔第2実施形態〕

図4は金属樹脂複合体Aの製造方法の別実施形態を模式的に示し、粒径が0.1 μm ~1000 μm の粉粒体1の表面に無電解金属メッキを施すことにより連続した金属皮膜5を形成して、粉粒体1の表面に金属を担持させる(図4(イ)、(ロ))。

【0019】

そして、その金属皮膜5を表面に形成した多数の粉粒体1どうしを、平板プレス、冷間等方圧加圧(CIP)、熱間等方圧加圧(HIP)、ロールプレス、常温プレス、ホットプレス等の成形方法で圧力や温度を制御しながら圧接して、樹脂どうしを結着させて一体接合し(図2(ハ))、導電性も強度も優れた金属樹脂複合体Aを製造する。

【0020】

尚、上記加圧による圧接の際には、金属皮膜5が粉粒体1の外周面に、隙間無く被っている場合は、加圧により金属皮膜5に亀裂が生じて樹脂どうしが結着するもので、金属間に隙間がある状態で金属皮膜5を形成している場合は、隙間に露出した樹脂部分どうしが加圧により結着する。

その他の構成は、第1実施形態と同様である。

【0021】

〔第3実施形態〕

図示しないが、粉粒体1の表面に、金属化合物を溶解すると共に金属以外の微粒子、例えば、樹脂微粒子を分散させた溶液中で無電解メッキを施すことにより、樹脂微粒子を包含した金属皮膜5を形成して、その樹脂微粒子を包含した金属

皮膜 5 を表面に形成した多数の粉粒体 1 どうしを、平板プレス、冷間等方圧加圧（CIP）、熱間等方圧加圧（HIP）、ロールプレス、常温プレス、ホットプレス等の成形方法で圧力や温度を制御しながら圧接することにより、樹脂どうしを結着させて一体接合し、樹脂微粒子の特性や物性を備え、導電性も強度も優れた金属樹脂複合体 A を製造しても良い。

【0022】

尚、前記金属以外の微粒子とは、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）、ポリエチレン（PE）、ポリプロピレン（PP）、ABS樹脂、ポリアミド（PA）、ポリスルホン（PSU）、AS樹脂、ポリスチレン（PS）、塩化ビニリデン樹脂（PVDC）、フッ化ビニリデン樹脂、PFA樹脂、ポリフェニレンエーテル（PFE）、メチルペンテン樹脂、メタクリル酸樹脂、炭素（C）、触媒担持微粒子、及び、熱硬化性樹脂の群の中から選ばれた少なくともひとつである。

その他の構成は、第 1 実施形態と同様である。

【0023】

〔第 4 実施形態〕

図 5 は金属樹脂複合体 A の製造方法の別実施形態を模式的に示し、粒径が、 $0.1\mu\text{m} \sim 1000\mu\text{m}$ の粉粒体 1 の表面に無電解金属メッキを施すことにより連続した金属皮膜 5 を形成して、粉粒体 1 の表面に金属を担持させ（図 5（イ）、（ロ））、更に、その金属皮膜 5 の表面に、フッ素系化合物の微粒子（金属以外の微粒子）6 を分散させたピロリン酸浴中で電解メッキを施すことにより、フッ素系化合物の微粒子 6 を包含した金属の電解メッキ皮膜 7 を形成する（図 5（ハ））。

尚、電解メッキ皮膜 7 を形成する方法については、特開平 9-106817 号公報に詳細に記載されているので、その説明は省略する。

【0024】

そして、内側の金属皮膜 5 と外側の電解メッキ皮膜 7 とを表面に形成した多数の粉粒体 1 どうしを、平板プレス、冷間等方圧加圧（CIP）、熱間等方圧加圧（HIP）、ロールプレス、常温プレス、ホットプレス等の成形方法で圧力や温

度を制御しながら圧接して、金属皮膜 5 と電解メッキ皮膜 7 とに亀裂を生じさせることにより樹脂どうしを結着させて一体接合し（図 5（二））、導電性も強度も優れた金属樹脂複合体 A を製造する。

【0025】

本実施形態では、金属皮膜 5 の表面にフッ素系化合物の微粒子 6 を包含した電解メッキ皮膜 7 を形成した多数の粉粒体 1 どうしを一体接合するので、例えば、電解メッキ皮膜 7 に包含しているフッ素系化合物の微粒子 6 を介して、固体高分子型電解質膜としての水素イオン導電性を備えたフッ素樹脂系イオン交換膜に接合させ易く、フッ素樹脂系イオン交換膜の両側に、燃料電池用電極としての金属樹脂複合体 A を一体接合して、フッ素樹脂系イオン交換膜の自立性を補助してある固体高分子型燃料電池（PEFC）用の電解質複合体を容易に製造できる。

その他の構成は、第 1 実施形態と同様である。

【0026】

〔その他の実施形態〕

本発明による金属樹脂複合体とその製造方法は、熱可塑性樹脂からなる多数の粉粒体どうしが、粉粒体間に通気路が形成されるように一体接合しても、粉粒体間に通気路が形成されないように一体接合しても良い。

【0027】

【実施例】

〔第 1 実施例〕

熱可塑性樹脂としてポリテトラフルオロエチレン（PTFE）を選択し、平均粒径が $20\text{ }\mu\text{m}$ の PTFE 粉粒体 1 に対して、表面処理剤としてフッ素系カチオン界面活性剤を使用して表面調整処理を行った。具体的には、PTFE 粉粒体 1 を 70°C の 0.75 g/L $[\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3(\text{CH}_3)_2\text{N}^+]$ I^- 水溶液中で 10 分間攪拌したのち十分に水洗した。なお、表面処理剤としては、フッ素系カチオン界面活性剤以外にも、フッ素系以外のカチオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤などを使用することができる。

その表面処理後の PTFE 粉粒体 1 に対して、センシタイザーによる感性付与処理、十分な水洗、アクチベーターによる触媒付与処理、十分な水洗の工程を

2 回繰り返して、表面を触媒活性化した。なお、表面の触媒活性化は、上述した方法以外にも、例えば、キャタリスト付与工程と薄い酸による活性化処理工程を繰り返すことによって行うことができる。

つぎに、無電解Niメッキによって、そのPTFE粉粒体1の表面に金属皮膜5を形成した。そのNiメッキ液の浴組成および条件を下記の表1に示す。

【0028】

【表1】

| | |
|------------|--------|
| 硫酸ニッケル | 15 g/L |
| 次亜リン酸ナトリウム | 14 g/L |
| 水酸化ナトリウム | 8 g/L |
| グリシン | 20 g/L |
| pH | 9.5 |
| 浴温 | 60℃ |
| 攪拌時間 | 40分 |

【0029】

無電解Niメッキ処理を行った後、そのPTFE粉粒体1に対して、更に、特開平9-106817に開示されたメッキ装置を使用して電解Niメッキを行った。そのNiメッキ液の浴組成および条件を下記の表2に示す。

【0030】

【表2】

| | |
|-------------|----------------------|
| スルファミン酸ニッケル | 350 g/L |
| 塩化ニッケル | 45 g/L |
| ホウ酸 | 40 g/L |
| pH | 4.5 |
| 電流密度 | 10 A/dm ² |
| 浴温 | 50℃ |
| 陽極 | Ni板 |
| 攪拌時間 | 60分 |

【0031】

電解Niメッキ処理を行った後、十分に水洗し真空減圧乾燥を1時間行った。
なお、メッキ量は65.2重量%、平均メッキ膜厚は0.35 μ mであった。

【0032】

このようにして得たNiメッキPTFE粉粒体に対して、片面を凹凸状に加工した金型を用いて平板プレスにて300℃、100MPaで5分間、真空脱気しながら加圧成形して、片面が凹凸状、他の片面が平面状の長さ40mm、幅40mm、厚さ1mmの成形体（金属樹脂複合体A）を得た。その成形体の断面を観察したところ、通気性を有する多孔質であることが確認された。

【0033】

〔第2実施例〕

熱可塑性樹脂としてメタクリル酸樹脂の一例であるポリメチルメタアクリレート（PMMA）を選択し、平均粒径が10 μ mのPMMA粉粒体1に対して、第1実施例と同様の表面調整処理を行い、かつ、無電解Ni-PTFEメッキを行って、PMMA粉粒体1の表面に金属皮膜5を形成した。そのNi-PTFEメッキ液の浴組成および条件を下記の表3に示す。

【0034】

【表3】

| | |
|---------------------|---------|
| 硫酸ニッケル | 15 g/L |
| 次亜リン酸ナトリウム | 14 g/L |
| 水酸化ナトリウム | 8 g/L |
| グリシン | 20 g/L |
| PTFE（粒径0.3 μ m） | 15 g/L |
| 界面活性剤 | 0.5 g/L |
| pH | 9.5 |
| 浴温 | 90℃ |
| 攪拌時間 | 40分 |

【0035】

無電解Ni-PTFEメッキ処理を行った後、十分に水洗し真空減圧乾燥を5時間行った。なお、メッキ量は59.1重量%、平均メッキ膜厚は0.32 μ m

であった。

このようにして得た導電性微粒子をステンレス板に薄く敷き詰め、空気雰囲気中、300℃、線圧44.1kN/cmでロールプレスし、長さ40mm、幅40mm、厚さ100μmの成形体（金属樹脂複合体A）を得た。

【0036】

〔第3実施例〕

熱可塑性樹脂としてポリテトラフルオロエチレン（PTFE）を選択し、平均粒径20μmのPTFE微粒子1に対して、第1実施例と同様の表面調整処理を行い、かつ、無電解Cu-PTFEメッキを行って、PTFE粉粒体1の表面に金属皮膜5を形成した。そのCu-PTFEメッキ液の浴組成および条件を下記の表4に示す。

【0037】

【表4】

| | |
|--------------|-----------------|
| 硫酸銅 | 7 g/L |
| 酒石酸ナトリウムカリウム | 20 g/L |
| 水酸化ナトリウム | 10 g/L |
| ホルマリン | 4 ml/L |
| pH | 12 |
| 浴温 | 30℃ |
| 攪拌時間 | ホルマリン1mLにつき10分間 |

【0038】

メッキ液はまず表1中のホルマリン以外の薬剤を用いて建浴し、メッキ液の中にPTFE粒子1を挿入した後、攪拌しながらホルマリンを1mLずつ添加した。ホルマリン投入の間隔は10分間とした。めっき終了後、十分水洗し真空減圧乾燥を1時間行った。メッキ量は58.7重量%、平均メッキ膜厚は0.53μmであった。

【0039】

このようにして得た導電性微粒子を直径20mm、長さ100mmのゴム型に詰め込み、室温、392MPaの圧力で冷間等方圧加圧（CIP）法により1時

間加圧成形した。これをミクロトームを用いてスライスし、長さ100mm、幅20mm、厚さ100 μ mの成形体（金属樹脂複合体A）を得た。この成形体の一部を顕微鏡で観察した結果を図1に示した。図1から明らかなとおり、PTFE粒子表面の無電解銅メッキ皮膜5（4）は均一に析出しており、3次元導電パスマトリクスを形成していることが分かる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

金属樹脂複合体の金属顕微鏡写真（断面）

【図2】

第1実施形態の製造方法を説明する模式図

【図3】

多孔質の金属皮膜を表面に形成してある粉粒体の顕微鏡写真

【図4】

第2実施形態の製造方法を説明する模式図

【図5】

第3実施形態の製造方法を説明する模式図

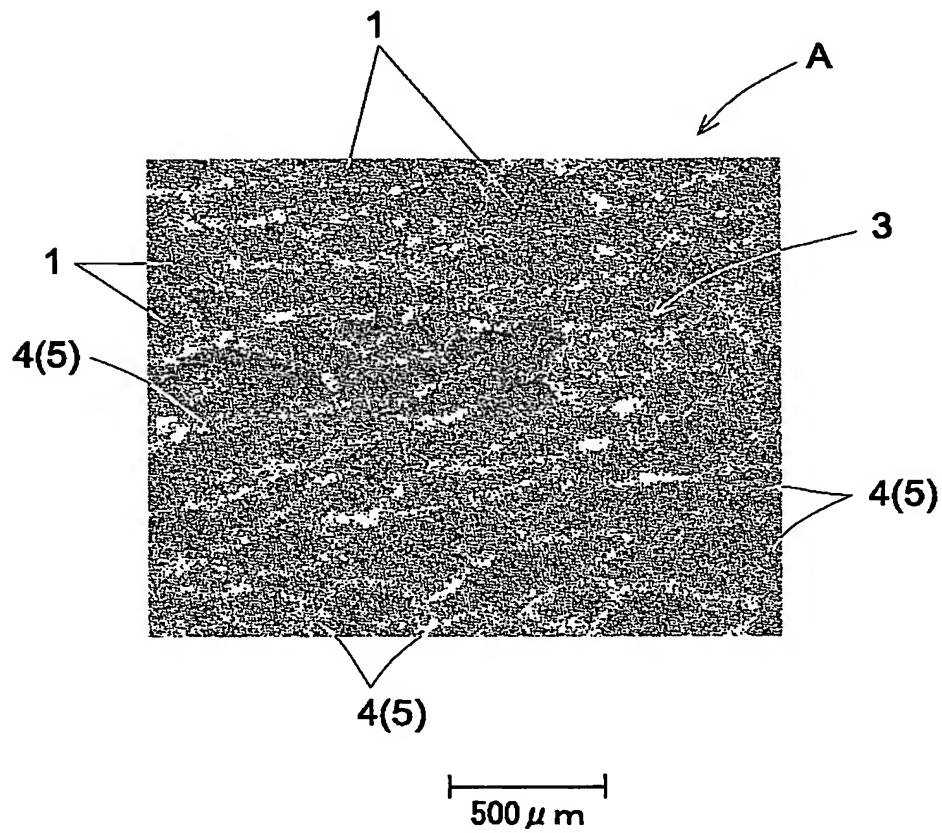
【符号の説明】

- 1 粉粒体
- 3 粉粒体群
- 4 金属
- 5 金属皮膜（金属）
- 6 微粒子
- 7 電解メッキ皮膜

【書類名】

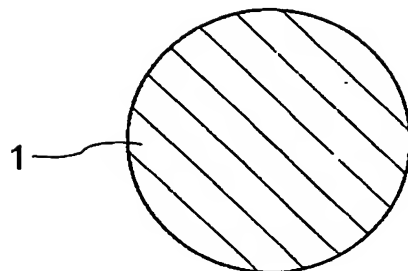
図面

【図 1】

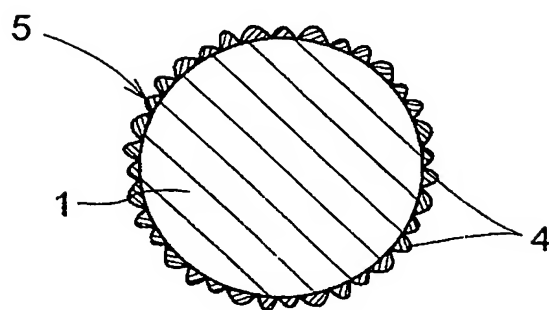


【図 2】

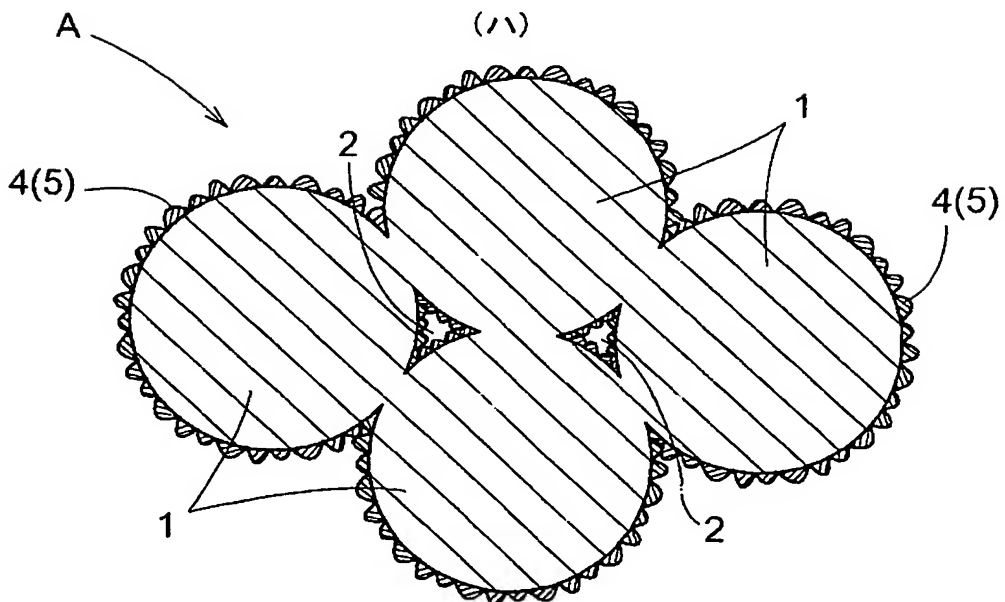
(イ)



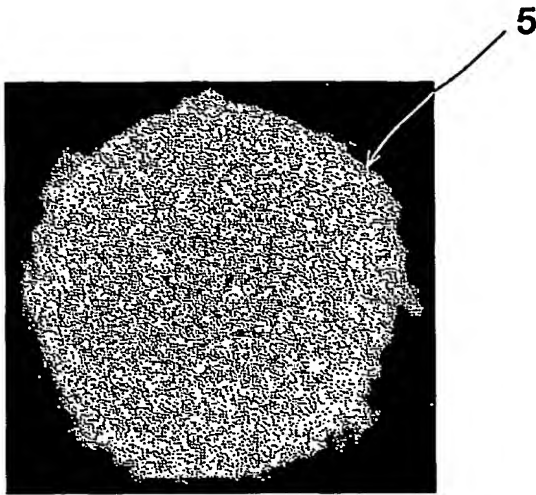
(ロ)



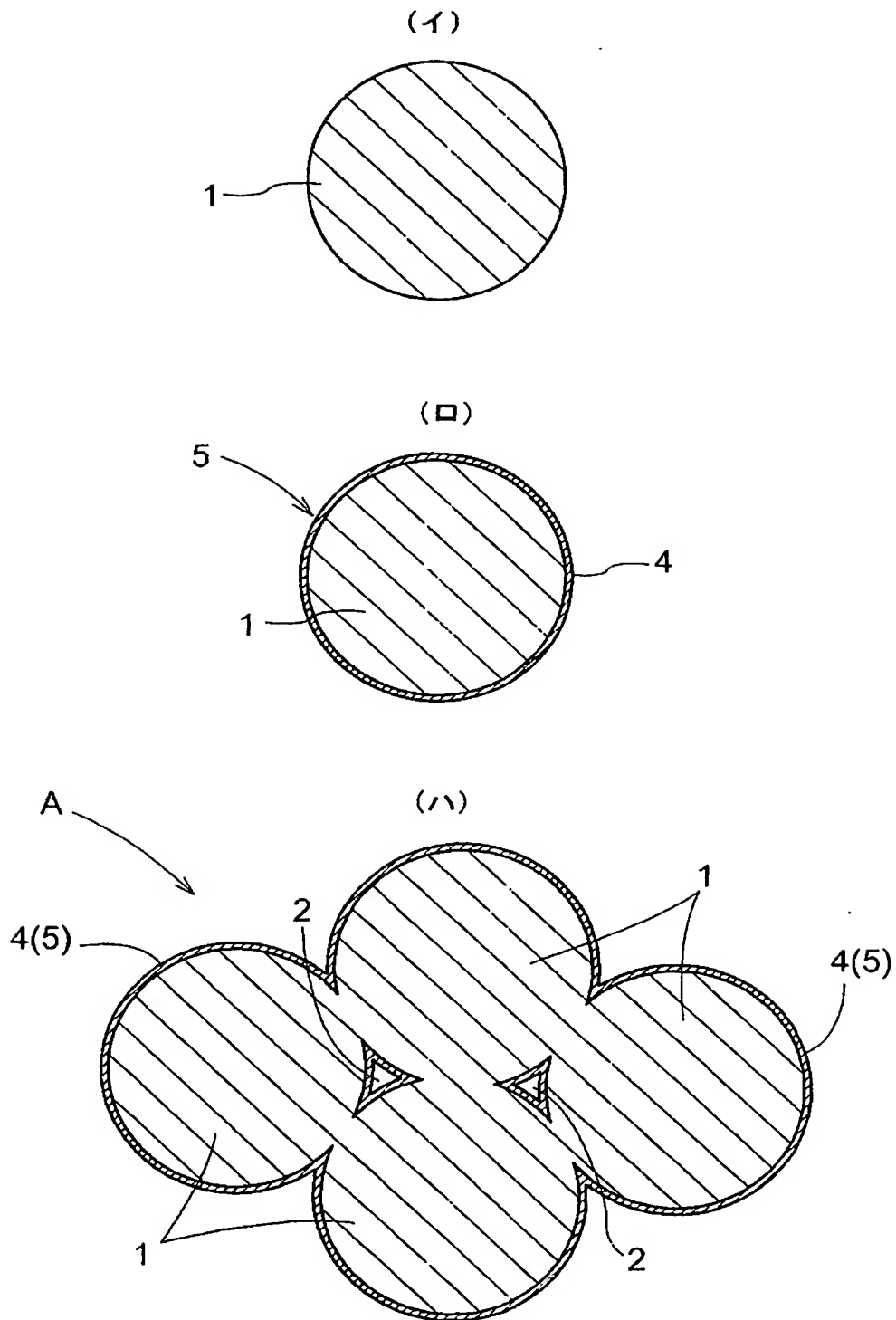
(ハ)



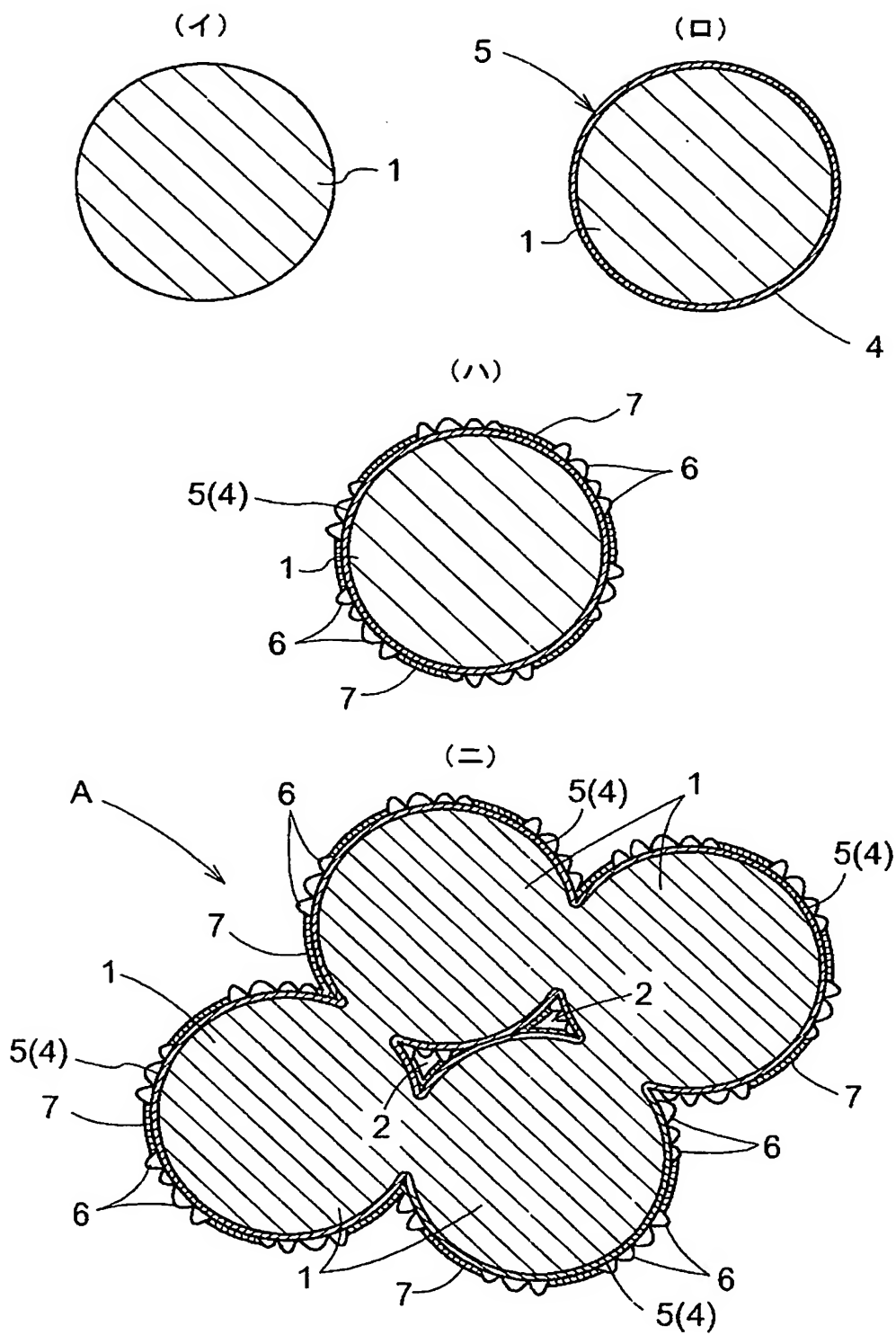
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】

要約書

【要約】

【課題】 物性を均一に確保し易い金属樹脂複合体とその製造方法を提供する。

【解決手段】 表面に金属 5 (4) を担持させた熱可塑性樹脂からなる多数の粉粒体 1 どうしを圧接して一体接合されており、その接合された粉粒体群 3 に金属 4 を三次元方向にマトリクス状に担持してある。

【選択図】

図 1

特願 2 0 0 2 - 3 0 6 1 5 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[3 9 0 0 3 6 3 6 4]

1. 変更年月日
[変更理由]

住 所
氏 名

1 9 9 0 年 1 2 月 6 日

新規登録

福井県福井市和田中町奥宮川 3 番地の 4
清川メッキ工業株式会社

2. 変更年月日
[変更理由]

住 所
氏 名

1 9 9 4 年 6 月 1 0 日

住所変更

福井市和田中 1 丁目 4 1 4 番地
清川メッキ工業株式会社

特願 2002-306152

出願人履歴情報

識別番号

[592197418]

1. 変更年月日

1992年 8月25日

[変更理由]

新規登録

住 所

福井県福井市白方町字5-10

氏 名

株式会社田中化学研究所

2. 変更年月日

1993年 5月24日

[変更理由]

住所変更

住 所

福井県福井市白方町45字砂浜割5番10

氏 名

株式会社田中化学研究所

特願 2 0 0 2 - 3 0 6 1 5 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 2 2 6 1 6 1]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

福井県福井市文京 4 丁目 2 3 番 1 号

氏 名

日華化学株式会社

特願 2002-306152

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000004008]

1. 変更年月日

2000年12月14日

[変更理由]

住所変更

住 所

大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号

氏 名

日本板硝子株式会社

特願 2002-306152

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[502381265]

1. 変更年月日

2002年10月21日

[変更理由]

新規登録

住 所

福井県福井市経田1丁目105番3号

氏 名

高島 正之